



中华人民共和国国家标准

GB/T 33864—2017

质谱仪通用规范

General specification for mass spectrometers

2017-07-12 发布

2018-02-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局 发布
中国国家标准化管理委员会



前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准由中国机械工业联合会提出。

本标准由全国工业过程测量控制和自动化标准化技术委员会(SAC/TC 124))归口。

本标准由上海舜宇恒平科学仪器有限公司(上海质谱仪器工程技术研究中心)负责起草,吉林省计量科学研究院、聚光科技(杭州)股份有限公司、广州禾信仪器股份有限公司、中国人民解放军防化研究院、中国计量科学研究院、北京东西分析仪器有限公司、赛默飞世尔科技(中国)有限公司、上海市计量测试技术研究院和北京普析通用仪器有限责任公司参加起草。

本标准主要起草人:王世立、白健、安卫东、李刚强、高伟、李翠萍、江游、刘更涛、张文凭、田玉平、王传博、王惠玲。

质谱仪通用规范

1 范围

本标准规定了质谱仪的术语和定义、分类、要求、试验方法、检验规则、标志、包装、运输和贮存。

本标准适用于使用质谱技术对物质进行定性、定量分析的仪器。

本标准不适用于检漏仪等专用仪器。

注：本标准不涉及与质谱仪联用的其他仪器、样品前处理装置等。

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件，仅注日期的版本适用于本文件。凡是不注日期的引用文件，其最新版本(包括所有的修改单)适用于本文件。

GB/T 191—2008 包装储运图示标志

GB 4793.1—2007 测量、控制和实验室用电气设备的安全要求 第1部分：通用要求

GB/T 11606—2007 分析仪器环境试验方法

GB/T 12519—2010 分析仪器通用技术条件

GB/T 13384—2008 机电产品包装通用技术条件

GB/T 13966—2013 分析仪器术语

GB/T 18268.1—2010 测量、控制和实验室用的电设备 电磁兼容性要求 第1部分：通用要求

3 术语和定义

GB/T 13966—2013 界定的以及下列定义和术语适用于本文件。

3.1

质谱仪 mass spectrometer

使待测物质电离形成不同质荷比的离子，利用电磁学原理使离子按照质荷比分离并测定离子流强度的仪器，通常由进样系统、离子源、质量分析器、离子检测器、真空系统、电子测控系统和数据处理系统等主要部分组成。

3.2

质量准确性 mass accuracy

质谱仪测量得到某离子的质量与理论值的偏差。

3.3

质量范围 mass range

质谱仪能够测定的最低到最高质荷比的范围，表示为“最低质荷比～最高质荷比”。

注：质荷比单位为 u，也用 amu 表示。

3.4

质量分辨率 mass resolution

质谱仪分辨两个相邻质谱峰的能力。

注：有两种计算方法：

- 双峰法:选取两个相邻峰进行计算;
- 单峰法:使用单一峰进行计算。

3.5

检测限 limit of detection

在信噪比不低于 3 时,可测定样品的最小量值。

3.6

重复性 reproducibility

在相同测试条件下,对相同进样量的待测物进行连续或间隔多次重复测量,得到质谱图中指定峰的峰高或峰面积的一致性。

4 分类

4.1 按使用场合分为:

- a) 实验室质谱仪:在实验室环境中固定位置使用的质谱仪;
- b) 过程质谱仪:在现场固定位置连续监测的质谱仪;
- c) 移动质谱仪:在移动过程中使用的质谱仪。

4.2 按质量分析器分为:

- a) 四极杆质谱仪;
- b) 离子阱质谱仪;
- c) 飞行时间质谱仪;
- d) 磁质谱仪;
- e) 离子回旋共振质谱仪。

注:其他新型质量分析器及串联质谱仪参照本标准。

5 要求

5.1 工作条件

5.1.1 实验室质谱仪

实验室质谱仪在下列条件下应能正常工作:

- a) 环境温度:15℃~25℃;
- b) 相对湿度:20%~85%;
- c) 交流供电电源:电压 220 V±22 V,频率 50 Hz±1 Hz;
- d) 室内应清洁无尘,排风良好,质谱仪应平稳地放在工作台上,周围无强烈机械振动和电磁干扰源;
- e) 接地良好。

5.1.2 过程质谱仪

过程质谱仪在下列条件下应能正常工作:

- a) 环境温度:10℃~30℃;
- b) 相对湿度:20%~85%;
- c) 交流供电电源:电压 220 V±22 V,频率 50 Hz±1 Hz;
- d) 接地良好。

5.1.3 移动质谱仪

移动质谱仪在下列条件下应能正常工作：

- a) 环境温度： $-10\text{ }^{\circ}\text{C}\sim 40\text{ }^{\circ}\text{C}$ ；
- b) 相对湿度： $20\%\sim 85\%$ ；
- c) 供电电源：交流电源电压 $220\text{ V}\pm 22\text{ V}$ ，频率 $50\text{ Hz}\pm 1\text{ Hz}$ ；直流电源电压变化在 $\pm 20\%$ 以内。

5.2 外观

5.2.1 质谱仪外表平整、清洁、字迹清晰，表面涂层、镀层无明显划伤、露底、裂纹、起泡等现象。

5.2.2 质谱仪的旋钮、按键、开关等工作正常；所有紧固件不得松动；指示、显示清晰完整；零件表面不得锈蚀。

5.2.3 所有铭牌及标志应耐久和清晰，内容符合相关法规、标准的要求。

5.3 性能

5.3.1 质量范围

制造商应给出质量范围。

5.3.2 质量准确性

质量准确性应符合表 1 的要求。

表 1 质量准确性要求

实验室质谱仪	过程质谱仪	移动质谱仪
$\pm 0.2\text{u}$	$\pm 0.3\text{u}$	$\pm 0.3\text{u}$

5.3.3 质量稳定性

质谱仪质量稳定性应符合表 2 的要求。

表 2 质量稳定性要求

实验室质谱仪	过程质谱仪	移动质谱仪
$\pm 0.2\text{u}/8\text{ h}$	$\pm 0.3\text{u}/24\text{ h}$	$\pm 0.3\text{u}/4\text{ h}$

5.3.4 质量分辨率

制造商应给出质量分辨率。

5.3.5 检测限

制造商应给出检测限。

5.3.6 重复性

制造商应给出重复性。

5.4 安全要求

5.4.1 保护接地

在正常工作条件下,电源输入插座中的保护接地点(电源接地端子)与保护接地的所有可触及金属部件之间的阻抗不得超过 $0.1\ \Omega$ 。

注:由交流电网供电的质谱仪,其保护接地参考 GB 4793.1—2007 中 6.5.1 的有关内容。

5.4.2 介电强度

在正常工作条件下,由交流电网供电的质谱仪,电源输入端与质谱仪接地之间施加试验电压 $1\ 500\ \text{V}$,历时 $1\ \text{min}$,不出现击穿或飞弧现象。

5.4.3 接触电流

在正常工作条件下应不大于 $0.5\ \text{mA}$ 。

注:由交流电网供电质谱仪,其接触电流参考 GB 4793.1—2007 中 6.3 的有关内容。

5.5 运输及运输贮存

应在产品标准中规定质谱仪的运输及运输贮存条件,质谱仪按 GB/T 11606—2007 中第 8 章、第 15 章~第 18 章规定试验后,包装不应有较大变形和损伤,质谱仪不应有变形松脱、涂覆层剥落等机械损伤,其质量准确性和重复性应满足 5.3.2 和 5.3.6 中的要求。

5.6 环境适应性

5.6.1 按 5.1 工作条件分别对不同工作场合使用的质谱仪进行温度上限、温度下限、恒定湿热试验,其质量准确性和重复性应满足 5.3.2 和 5.3.6 中的要求。

5.6.2 过程质谱仪和移动质谱仪符合相关电磁兼容性要求。

5.6.3 移动质谱仪增加耐振动要求,其耐振动需满足质量准确性 5.3.2 中的要求。

6 试验方法

6.1 试验条件

6.1.1 本试验均应在 5.1 规定的条件下进行。

6.1.2 试验时温度波动不大于 $2\ ^\circ\text{C}$,相对湿度波动不大于 5% 。

6.1.3 试验用标准物质,采用国家二级或以上的标准物质或达到同等标准的物质。

6.2 外观

用目视和手感等方法检查。

6.3 性能

6.3.1 质量范围

质谱仪按操作说明运行,待稳定后,使用相关标准或制造商确定的标准物质进行测试,获得并记录质谱图。在质谱图中可检测到的质荷比的最大值和最小值区间为质量范围。最大值允许外延 10% 以内取整。

注:最大值和最小值可分别测试获得。

6.3.2 质量准确性

使用同 6.3.1 测试同样的质谱仪条件进行测试,使用相关标准或制造商确定的标准物质进行测试,获得并记录质谱图。同样操作重复测试 3 次。

在全质量范围内高、中、低端各选取至少 1 个质荷比的质谱峰,分别计算各自位置实测数值的 3 次测量平均值,按式(1)计算。选取计算结果绝对值最大的数值,保留正负符号及 2 位有效数字作为质量准确性。

$$D_{Ai} = \bar{M}_i - M_{0i} \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中:

D_{Ai} ——第 i 个质谱峰的质量准确性,单位为原子质量单位(u);

$\bar{M}_i$ ——第 i 个质谱峰 3 次测量的平均值,单位为原子质量单位(u);

M_{0i} ——第 i 个质谱峰的理论值,理论值采用物质组成元素计算数值,单位为原子质量单位(u)。

6.3.3 质量稳定性

使用同 6.3.2 测试同样的条件和标准物质进行测试,记录质谱图。每小时至少测量 1 次,进行 8 次以上的多次测试,测试时间间隔均匀分布,测试过程中不允许进行调谐。

选取同 6.3.2 测试中同样的质荷比的质谱峰,每次按式(2)分别计算偏差,取多次测试中计算结果绝对值最大的数值,保留正负符号及 2 位有效数字作为质量稳定性。

$$D_{Si} = M_i - M_{0i} \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中:

D_{Si} ——本次第 i 个质谱峰实测后的质量偏差,单位为原子质量单位(u);

M_i ——本次第 i 个质谱峰的实测质荷比,单位为原子质量单位(u);

M_{0i} ——本次第 i 个质谱峰的理论值,理论值采用物质组成元素计算数值,单位为原子质量单位(u)。

6.3.4 质量分辨率

可选用单峰法或双峰法之一进行计算,应标注使用的计算方法及质谱峰质荷比 M :

a) 单峰法

取 6.3.2 测试记录的质谱图,在全质量范围内高、中、低端各选取 1 个质荷比的质谱峰,测量质荷比 M 对应的质谱峰 50% 峰高处的峰宽 $W_{1/2}$,按式(3)分别计算不同质谱峰对应的分辨率 R ,取其中最大值作为质量分辨率。

$$R_s = \frac{M}{W_{1/2}} \quad \dots\dots\dots (3)$$

式中:

R_s ——质量分辨率,单峰法计算,无量纲;

M ——质谱峰对应的质荷比;

$W_{1/2}$ ——质谱峰 50% 峰高处的峰宽。

b) 双峰法

取 6.3.2 测试记录的质谱图,在全质量范围内高、中、低端各选取 1 个质荷比的质谱峰,以及其相邻的质谱峰,相邻两个峰的峰谷为 10%。按式(4)分别计算不同质谱峰对应的分辨率 R ,取其中最大值作为质量分辨率。

$$R_d = \frac{\bar{M}}{\Delta M} \quad \dots\dots\dots (4)$$

式中:

R_d ——质量分辨率,双峰法计算,无量纲;

$\bar{M}$ ——两相邻质谱峰的质荷比平均值;

ΔM ——两相邻质谱峰的质荷比之差。

6.3.5 检测限

按 6.3.4 工作状态,使用相关标准或制造商确定的标准物质进行测试,调整进样量使得信噪比不低于 3:1,该最小量值为检测限。

6.3.6 重复性

按 6.3.4 工作状态,使用相关标准或制造商确定的标准物质进行测试,在规定进样量下单次进样,连续进样 7 次,记录质谱图。测量指定峰的峰高或峰面积,按式(5)计算相对标准偏差 RSD ,有效数值保留到小数点后 1 位作为重复性。

$$RSD = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^7 (H_i - \bar{H})^2}{6}} \times \frac{1}{\bar{H}} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (5)$$

式中:

RSD ——7 次测量的相对标准偏差;

H_i ——第 i 次峰高或峰面积;

$\bar{H}$ ——7 次峰高或峰面积的平均值。

6.4 安全

6.4.1 保护接地

按 GB 4793.1—2007 的 6.5.1 有关规定进行试验。

6.4.2 介电强度

电网电源电路,用耐电压测试仪,一端为连接在一起的电源线插头的相线和中线,另一端为连接在一起的所有可触及导电零部件之间,在 5 s 内升至 1 500 V 试验电压值,并保持 1 min。电源线与可接触导电件间的抗干扰电容不应开路;若这些电容不能用于进行试验,则可以用一个数值为交流电压 1.4 倍的直流电压试验。

其他电路参照 GB 4793.1—2007 附录的有关规定进行试验。

6.4.3 接触电流

试验豁免条件:在正常工作条件下,当可触及零部件与参考地之间,或在同一台仪器上 1.8 m(沿表面或通过空气)的距离内的任意两个可触及零部件之间的电压值不超过 30 V(交流有效值)或直流 60 V,可以不进行该项试验。

按 GB 4793.1—2007 的 6.3 有关规定进行试验。

6.5 环境适应性

6.5.1 温度试验

按 GB/T 11606—2007 中第 4 章、第 5 章和第 7 章进行试验。

6.5.2 振动试验

按 GB/T 11606—2007 中第 9 章进行试验。

6.5.3 电磁兼容性

按 GB/T 18268.1—2010 进行试验。

6.6 运输、运输贮存

质谱仪在包装状态下,按 GB/T 11606—2007 中第 8 章、第 15 章~第 18 章的方法进行。质量准确性和重复性按 6.3.2 和 6.3.6 进行试验。

7 检验规则

7.1 检验分类

检验分为:

- a) 出厂检验;
- b) 型式检验。

7.2 出厂检验

出厂检验应符合以下要求:

- a) 每台质谱仪均应经检验合格,并附有合格证方能出厂;
- b) 出厂检验应按 5.2~5.4 进行,并符合要求。

7.3 型式检验

7.3.1 在下列情况之一时,应按 5.2~5.6 进行型式检验:

- a) 新质谱仪或老质谱仪转厂定型鉴定;
- b) 正式生产后,如结构、材料、工艺有较大改变,可能影响质谱仪性能时;
- c) 正常生产时,定期或积累一定产量后,应周期进行一次检验,建议为三年;
- d) 质谱仪停产超过一年,恢复生产时;
- e) 国家质量监督机构提出进行型式检验要求时。

7.3.2 型式检验的样品应在出厂检验合格的同批次产品中随机抽取 1 台,按照第 6 章中的试验方法进行试验,并结果符合第 5 章中要求。

7.3.3 若型式检验不合格,则在提出整改后重新进行型式检验。若再次型式检验不合格,则停产整顿,质谱仪停止出厂。待问题解决后,经型式检验合格后方可恢复出厂检验。

7.3.4 若型式检验合格,经出厂检验合格的同批次产品作为合格品可以出厂或入库。若入库超过 12 个月再出厂,则应重新进行出厂检验。

8 标志、包装、运输和贮存

8.1 标志

8.1.1 产品标志

每台质谱仪应固定铭牌,铭牌上应明确标示下列内容:

- a) 制造厂名称;
- b) 产品型号;
- c) 产品名称;
- d) 商标;
- e) 制造日期、出厂编号;
- f) 额定工作电压、频率和功率。

8.1.2 包装标志

质谱仪的包装应明确标识如下内容:

- a) 制造厂名称及地址;
- b) 产品型号;
- c) 产品名称;
- d) 商标;
- e) 产品应用的标准编号;
- f) 产品质量和外形尺寸(长×宽×高);
- g) 包装、储运图示标志,符合 GB/T 191—2008 规定,如“易碎物品、向上、怕雨”等。

8.2 包装

8.2.1 质谱仪包装

应符合 GB/T 13384—2008 中的规定。

8.2.2 随机文件

包括如下文件:

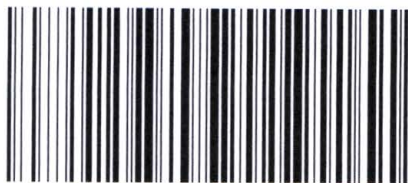
- a) 产品合格证;
- b) 产品使用说明书;
- c) 装箱单;
- d) 附件备件清单。

8.3 运输

质谱仪在包装完整的情况下,允许用一般交通工具运输。运输过程中应按印刷的运输标志的要求进行运输作业。

8.4 贮存

质谱仪在运输包装状态下,应符合 GB/T 12519—2010 中 6.4 贮存环境的规定。



GB/T 33864—2017

版权专有 侵权必究

*

书号:155066·1-56180

定价: 16.00 元